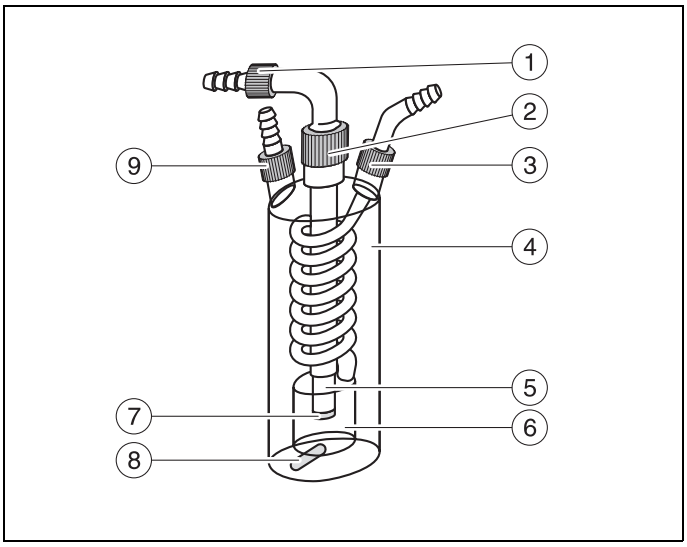
8/97-Se-



Mode d'emploi 667 322
Instrucciones de servicio

Calorimètre pour déterminer la perte de chaleur

Calorímetro para la medición del frío por evaporación

Fig. 1

Le calorimètre pour déterminer la perte de chaleur est un calorimètre à usage universel. Outre pour la mesure de chaleurs de réaction lors des réactions, il peut aussi être utilisé pour toutes les réactions de liquides avec des gaz ou bien servir de cellule calorimétrique lors de la réaction de deux liquides.

1 Remarques de sécurité

Prudence en cas d'expérimentation avec des liquides corrosifs.

Prière de respecter les directives et consignes de sécurité appropriées.

2 Description, caractéristiques techniques

① Raccord fileté GL 14 avec olive
② Raccord fileté GL 18
③ Raccordement au vide (raccord fileté GL 14 avec olive) pour filament en verre
④ Enceinte en verre
⑤ Tube en verre
⑥ Zone de réaction
⑦ Pièce frittée
⑧ Barreau agitateur magnétique
⑨ Tubulure de remplissage (raccord fileté GL 14 avec olive)

Le calorimètre est tout en verre (Duran) et livré complet, avec un barreau agitateur magnétique.

Chaleur spécifique du verre:	$c = 0{,}80\ J \cdot g^{-1} \cdot K^{-1}$
Poids typ.:	env. 190 g
Dimensions de l'enceinte en verre:	env. 50 x 130 mm (Ø x hauteur)
Hauteur totale:	env. 190 mm

El calorímetro para la medición del frío por evaporación es un calorímetro multipropósito. Este calorímetro sirve también para medir calores de reacción en reacciones por evaporación y puede ser empleado en todas las reacciones de líquidos con gases o como recipiente calorimétrico en la reacción de dos líquidos.

1 Instrucciones de seguridad

¡Tener cuidado al experimentar con líquidos agresivos!

¡Observar las recomendaciones y medidas de seguridad respectivas!

2 Descripción y datos técnicos

① Acoplador de unión GL 14 con boquilla
② Acoplador de unión GL 18
③ Conexión de vacío (acoplador de unión GL 14 con boquilla) para espiral de vidrio
④ Envoltura de vidrio
⑤ Tubo de vidrio
⑥ Cámara de reacción
⑦ Frita
⑧ Barritas magnéticas de agitación
⑨ Tubuladura de llenado (acoplador GL 14 con boquilla)

El calorímetro está fabricado completamente en vidrio (Duran) y es suministrado con las barritas magnéticas de agitación.

Calor específ. del vidrio:	$c = 0{,}80\ J \cdot g^{-1} \cdot K^{-1}$
Peso típico:	aprox. 190 g
Dimensiones de la envoltura de vidrio:	aprox. 50 x 130 mm (Ø x altura)
Altura total:	aprox. 190 mm

3 Mise en service

La pièce centrale du calorimètre est la zone de réaction ⑥ ouverte vers le haut. Insérer un tube en verre ⑤ avec pièce frittée G 4 ⑦ par cette ouverture puis boucher celle-ci avec un raccord fileté GL 18 ②. C'est par ce tube qu'est assurée l'amenée d'air ou de gaz réactionnels répartis uniformément dans la zone de réaction ⑥ grâce à la pièce frittée ⑦. Pour faciliter le branchement de tuyaux divers, ce tube en verre ⑤ est pourvu en son extrémité supérieure d'un raccord fileté GL 14 avec olive en plastique ①.

Il sort de la zone de réaction ⑥ un filament en verre également muni d'un raccord fileté GL 14 avec olive en plastique ③ à l'extrémité supérieure du calorimètre. Une dépression peut être appliquée à cette olive (par ex. par connexion à une trompe à eau) afin de garantir un flux de gaz continu à travers la zone de réaction ou d'évaporer un liquide sous dépression. La zone de réaction ⑥ et le filament en verre ③ sont entourés d'une enceinte extérieure en verre ④ servant de sceau pour un liquide calorimétrique. Le liquide calorimétrique se verse par le raccord fileté ⑨ avant d'être mélangé de l'extérieur avec un barreau agitateur magnétique ⑧ à l'aide d'un agitateur magnétique (pas inclus au matériel livré). La tubulure de remplissage ⑨ sert conjointement de support pour thermomètre (pour sonde de température ou thermomètre jusqu'à env. 7 mm Ø).

3 Puesta en funcionamiento

La parte central del calorímetro es la cámara de reacción ⑥, la cual está abierta arriba en posición vertical. Por esta abertura se introduce un tubo de vidrio ⑤ con frita G 4 ⑦ sellándose con un acoplador GL 18 ②. A través de este tubo se efectúa la alimentación de aire o de los gases de reacción que tengan que ser introducidos uniformemente en la cámara de reacción ⑥ por la frita ⑦. Para que la conexión de los tubos flexibles sea óptima el tubo de vidrio ⑤ ha sido dotado con un acoplador de unión GL 14 con boquilla de plástico ① en el extremo superior.

Desde la cámara de reacción ⑥ sale una espiral de vidrio que termina igualmente en un acoplador GL 14 con boquilla de plástico ③ en el extremo superior del calorímetro. En esta boquilla se puede hacer la conexión de vacío (por ej. conectando una bomba de chorro de agua) para garantizar que la corriente de gas a través de la cámara de reacción sea continua o también evaporar un líquido bajo vacío. La cámara de reacción ⑥ y la espiral de vidrio ③ están envueltas por una camisa exterior de vidrio ④ que sirve como recipiente para recepcionar un líquido calorimétrico. El líquido calorimétrico debe ser llenado a través del acoplador ⑨ y debe ser mezclado mediante las barritas magnéticas de agitación ⑧ desde afuera por medio de un agitador magnético (no pertenece al volumen de suministro). El empalme de llenado ⑨ sirve simultáneamente de soporte de termómetro (para sonda de temperatura o termómetro hasta aprox. 7 mm Ø).

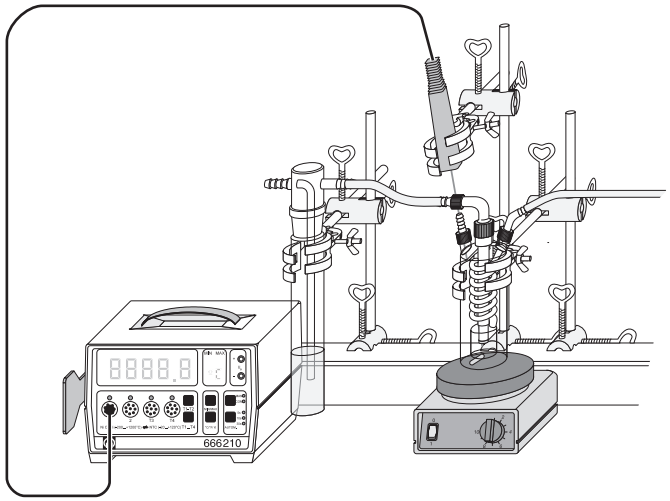


Fig. 2
Mesure de la perte de chaleur
Medición del frío por evaporación

4 Réalisation des expériences

4.1 Mesure de la perte de chaleur

4.1.1 Préparation

Peser le calorimètre (sans les raccords filetés en plastique) avant de commencer l'expérience. Verser ensuite le liquide calorimétrique par la tubulure de remplissage ⑨ jusqu'à env. 1 cm en dessous du scellement supérieur et peser à nouveau le calorimètre.

Quelques liquides calorimétriques typiques sont énumérés en annexe avec leur chaleur spécifique (rapportée à 25 °C) afin de calculer la capacité thermique théorique du calorimètre.

Assembler le calorimètre ainsi que représenté sur la fig. 2 tout en faisant attention qu'il ne repose pas sur l'agitateur magnétique.

Remplir le flacon laveur branché en amont avec du H_2SO_4

4 Ejecución del ensayo

4.1 Medición del frío por evaporación

4.1.1 Preparación

Antes de iniciar el experimento hay que pesar el calorímetro (sin acopladores de plástico). Luego se debe llenar el líquido calorimétrico a través de la tubuladura de llenado ⑨ hasta aprox. 1 cm por debajo de la fusíon (para estanquizar) superior y después hay que pesar nuevamente el calorímetro.

Para calcular la capacidad calorífica teórica del calorímetro en el apéndice se ha listado una serie de líquidos calorimétricos típicos con sus respectivas calores específicos (referidos a 25 °C).

El calorímetro se monta como se ilustra en la Fig. 2, en donde se debe tener en cuenta que no debe quedar situado sobre el

comme liquide dessicateur.

Afin de parvenir à une certaine stabilité de la température, laisser l'agitateur magnétique en marche pendant plusieurs minutes, mesurer la température avec un thermomètre (d'une sensibilité de 0,1 K) ou une sonde de température et un thermomètre numérique. Pour le séchage du calorimètre, la pompe est enclenchée durant env. 1 minute.

4.1.2 Mesure

Une fois l'olive ① dévissée et le raccord fileté GL 18 ② détaché, le tube en verre s'enlève facilement.

Introduire par pipettage un échantillon de liquide par cette ouverture (env. 2 à 5 ml pour des mesures qualitatives, env. 1 ml pour des mesures quantitatives). La quantité mesurée doit être notée avec exactitude dans le cas de mesures quantitatives.

Ensuite, refermer le calorimètre (voir précédememnt, dans l'ordre inverse).

Déterminer la température initiale après avoir agité pendant 1 minute. Mettre alors la pompe en marche pour procéder à la mesure et l'arrêter au bout d'environ 30 à 60 secondes (pour des mesures qualitatives), ou la laisser en marche jusqu'à la disparition des derniers restes de liquide.

Relever la température finale.

4.1.3 Evaluation

L'abaissement de température se calcule à partir des températures initiale et finale.

$\Delta T = T_A - T_E$

(Pour les déterminations qualitatives, il se situe entre -2 et -3 °C avec un fonctionnement de la pompe durant 45 secondes).

La masse de liquide évaporé se détermine à partir du volume et de la densité,

$m = V \cdot \rho$ (m = masse) (V = volume) (ρ = densité)

La capacité thermique du calorimètre se calcule à partir de la masse et de la chaleur spécifique de la cellule calorimétrique et du liquide calorimétrique

$W = (c_K \cdot m_K + c_F \cdot m_F)$

W = capacité thermique (équivalent en eau)
m_K = masse du calorimètre
m_F = masse du liquide calorimétrique
c_K = chaleur spécifique du verre
c_F = chaleur spécifique du liquide calorimétrique

La perte de chaleur (= enthalpie de vaporisation ϑ_K) se calcule d'après:

$Q = \Delta T \cdot (c_K \cdot m_K + c_F \cdot m_{F)}$

$\vartheta_K = \frac{Q}{m} \cdot M$ Q = chaleur convertie dans le calorimètre M = masse moléculaire

Les erreurs survenues par transfert de chaleur indésiré entre le calorimètre et l'air extérieur ou le matériel support ne sont pas prises en compte. Ces erreurs étant considérées, le rendement du calorimètre varie entre 80 et 90% de la valeur théoriquement accessible. Il est recommandé de déterminer cette grandeur individuelle avec une substance appropriée.

4.2 Mesure de la chaleur de neutralisation (fig. 3)

Mettre le calorimètre en place, enlever le tube en verre ⑤. Verser ensuite 5 ml de HCl à 5 moles (HCl conc. 1:1 dilué avec du H_2O dist.).

Ajouter un autre barreau agitateur magnétique dans la zone de réaction pour assurer un mélange encore meilleur.

Ajouter ensuite goutte à goutte 5 ml de NaOH à 5 moles.

L'élévation de température se relève directement sur le thermomètre.

Il peut être effectué une évaluation similaire à celle de l'expérience précédente.

agitador magnético.

La botella de gas preempalmada debe ser llenada con H_2SO_4 que sirve como líquido secador.

Para conseguir que la temperatura sea constante dejar el agitador magnético encendido por varios minutos; realizar la medición de temperatura mediante un termómetro (con 0,1 K de sensibilidad) o con una sonda de temperatura y un instrumentos digital de temperatura. Para el secado del calorímetro poner en marcha la bomba por aprox. 1 min.

4.1.2 Medición

Luego de desenroscar la boquilla ① y aflojar el acoplador GL 18 ② se podrá retirar fácilmente al tubo de vidrio.

A través de esta abertura pipetear una muestra líquida (aprox. 2 a 5 ml para las mediciones cualitativas, aprox. 1 ml para las mediciones cuantitativas). En las mediciones cuantitativas anotar exactamente las cantidades medidas.

Después hay que cerrar nuevamente el calorímetro (véase el procedimiento anterior, la sucesión de los pasos es inversa).

La temperatura inicial se determina después de 1 min. de agitación. Para la medición encender la bomba y desconectarla después de unos 30 a 60 seg. (para las mediciones cualitativas), o dejarla todo el tiempo encendida hasta que haya desaparecido los últimos restos del líquido.

A continuación leer la temperatura final.

4.1.3 Evaluación

A partir de la temperatura inicial y la temperatura final se calcula el descenso de temperatura.

$\Delta T = T_A - T_E$

(En las determinaciones cualitativas ésta se encuentra entre -2 a -3 °C para 45 seg. de funcionamiento de la bomba).

A partir del volumen y la densidad se determina la masa del líquido evaporado,

$m = V \cdot \rho$ (m = Masa) (V = Volumen) (ρ = Densidad)

La capacidad calorífica del calorímetro se calcula de la masa y el calor específico del calorímetro y del líquido calorimétrico

$W = (c_K \cdot m_K + c_F \cdot m_F)$

W = Capacidad calorífica (equivalente de agua)
m_K = Masa del calorímetro
m_F = Masa del líquido calorimétrico
c_K = Calor específico del vidrio
c_F = Calor específico del líquido calorimétrico

El frío por evaporación (= Entalpía de evaporación ϑ_K) se calcula de:

$Q = \Delta T \cdot (c_K \cdot m_K + c_F \cdot m_{F)}$

$\vartheta_K = \frac{Q}{m} \cdot M$ Q = Calor convertido en el calorímetro M = Masa molar

No se ha considerado los errores que se presentan por la transferencia indeseada de calor entre calorímetro y el aire exterior o el material de soporte. Si se consideran estos errores la eficiencia del calorímetro se encuentra entre 80 y 90% del valor teórica alcanzable. Se recomienda determinar esta magnitud utilizando una substancia apropiada.

4.2 Medición del calor de neutralización (Fig. 3)

Empotrar el calorímetro y retirar el tubo de vidrio ⑤. Luego añadir 5 ml HCl 5 mol (conc. HCl 1:1 diluido con H_2O destilada).

Para obtener una mejor mezcla colocar otra barrita magnética en la cámara de reacción.

Después añadir gotas de 5 ml NaOH 5 mol.

El aumento de temperatura puede ser leída directamente del instrumento de medición de temperatura.

La evaluación es análoga a la realizada en el ensayo anterior.

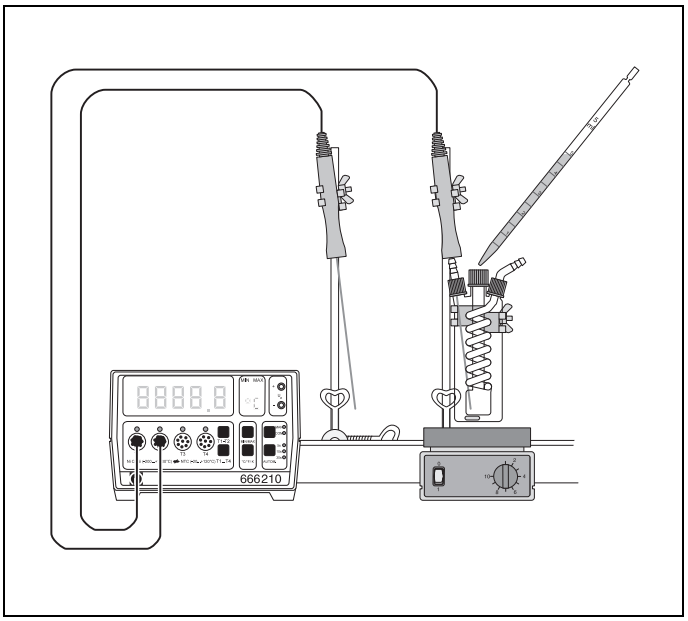


Fig. 3
Mesure de la chaleur de neutralisation et de dissolution
Medición del calor de neutralización y de disolución

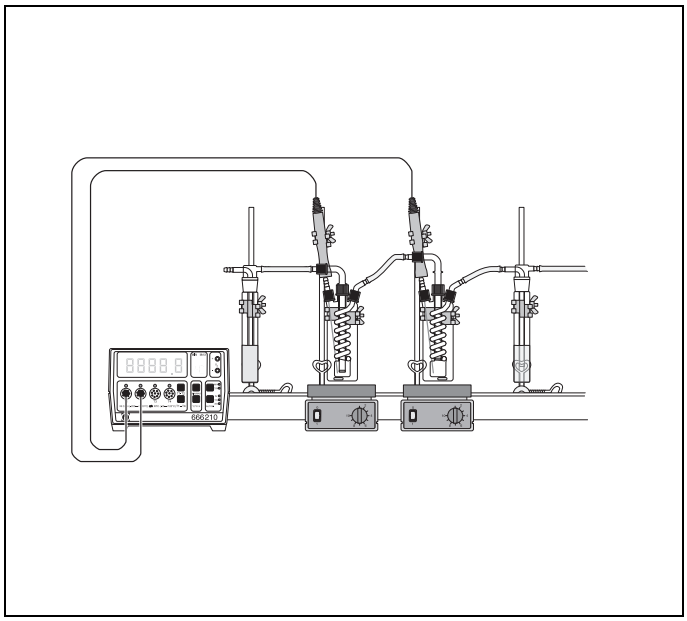


Fig. 4
Principe de fonctionnement d'un réfrigérateur à absorption
Principio del funcionamiento de un refrigerador de absorción

4.3 Mesure de la chaleur de dissolution des solides (sels)

Réaliser le montage conformément à la fig. 3 et à la description donnée au paragraphe 4.2.
Introduire 1 à 5 g de sel dans la zone de réaction sèche, ajouter un barreau agitateur magnétique supplémentaire puis relever la température initiale. Ajouter ensuite une quantité mesurée de H_2O (par ex. 10 ml, à l'aide d'une pipette).

Mélanger dans la zone de réaction jusqu'à ce que la substance se soit bien dissoute et relever la température finale.

Pour un suivi plus aisé, il est recommandé pour de telles mesures, de brancher un enregistreur au thermomètre ou bien de saisir et d'interpréter les mesures avec l'ordinateur, par l'intermédiaire d'une interface (CASSY). L'évaluation graphique peut alors aussi renseigner sur l'importance de l'admission de chaleur dans le calorimètre ainsi que celle de l'évacuation de chaleur.

Outre les expériences présentées dans le présent mode d'emploi, il est aussi possible de réaliser d'autres expériences sur le même modèle. Il ne reste ici qu'à mentionner les effets de température pour des réactions de précipitation ou de cémentation ou les élévations de température lors du mélange de deux liquides (par exemple les réactions du méthanol avec de l'eau).

4.4 Principe de fonctionnement de la transmission thermique d'un réfrigérateur

Assembler deux calorimètres ainsi que représenté sur la fig. 4. Verser 7 à 8 ml de solution ammoniacale concentrée (à env. 25 %) dans le calorimètre de gauche, insérer le tube en verre ⑤ avec la pièce frittée le plus profondément possible. Verser 5 ml de H_2O distillé dans la zone de réaction du calorimètre de droite. N'enfoncer le tube en verre que de façon à ce que la pièce frittée ⑦ soit à env. 0,5 cm au-dessus de l'eau dans la zone de réaction. Verser de l'acide sulfurique concentré dans le flacon laveur branché en amont alors qu'il sera utilisé de l'acide sulfurique à 2 moles comme liquide absorbant dans le flacon laveur branché en aval.

Mesurer la température avec 2 sondes de température et le thermomètre numérique à 4 entrées. Les différentes températures ou la différence de température peuvent être indiquées par l'intermédiaire de l'appareil de mesure.

Une fois la température initiale relevée, mettre la pompe en marche. L'effet de température se manifeste déjà au bout de quelques secondes:

La température à gauche baisse étant donné que le gaz NH_3 s'évapore de la solution concentrée. La température augmente

4.3 Medición del calor de disolución de sólidos (sales)

El montaje se realiza de forma análoga a la Fig. 3 y está descrito como en la sección 4.2.
Pese 1 a 5 g de sal en la cámara de reacción seca; añada una barrita de agitación y lea la temperatura inicial. Luego añada una cantidad medida de H_2O (por ej. 10 ml, de una pipeta).

Agite la substancia en la cámara de reacción hasta que la solución se vea clara y leer la temperatura.

En este tipo de mediciones, para seguir de cerca el proceso se recomienda conectar al medidor de temperatura un registrador o registrar los datos con un ordenador a través de la interface CASSY y evaluarlos luego. La evaluación gráfica permite hacer conclusiones directas como por ejemplo, cuán intensa es el suministro de calor del calorímetro o la entrega de calor del mismo.

Además de los ensayos presentados aquí también es posible montar otros experimentos de manera totalmente análoga. Aquí se menciona sólo los efectos de temperatura en las reacciones de precipitación o de cementación o las elevaciones de temperatura en la mezcla de dos líquidos (por ejemplo, las reacciones de metanol con agua).

4.4 Transferencia de calor de un refrigerador

Monte dos calorímetros tal como se ilustra en la Fig. 4. Llene el calorímetro izquierdo con 7 a 8 ml de solución de amoniaco concentrado (aprox. 25 %); introduzca el tubo de vidrio ⑤ con la frita tan profundo como sea posible. En la cámara de reacción del calorímetro derecho llene 5 ml H_2O destilada. Introduzca el tubo de vidrio profundamente hasta que la frita ⑦ esté aprox. 0,5 cm por encima del agua en la cámara de reacción. En la botella de lavado, previamente conectada, llene ácido sulfúrico concentrado; en la botella de lavado posterior llene ácido sulfúrico (2 mol) como líquido de absorción.

La temperatura se mide con 2 sondas de temperatura y el medidor digital de 4 entradas. A través del medidor se puede indicar alternativamente cada una de las temperaturas o la diferencia de temperaturas.

Luego de anotar la temperatura inicial arranque la bomba. Inmediatamente después de unos cuantos segundos se observará el efecto de la temperatura:

La temperatura en el calorímetro de la izquierda diminuye, ya que el gas NH_3 se evapora en la solución concentrada. En el calorímetro de la derecha la temperatura aumenta, ya que el gas amoniaco es absorbido del agua y el calor de disolución

dans le calorimètre de droite étant donné que le gaz ammoniacal est absorbé par l'eau et que la chaleur de dissolution (de la dissolution du gaz NH_3 en $NH_3 \cdot aq$) est libérée.

Ce processus correspond sous forme simplifiée au principe de fonctionnement d'un refrigérateur à absorption.

5 Liste du matériel

Qté.	Article	N° de cat.
1	Calorimètre pour déterminer la perte de chaleur	667 322
1	Thermomètre numérique à 4 entrées	666 210
2	Sonde de température NTC, -20 ... +120°C	666 212
en alternative		
2	Thermomètre de précision, -10...+50 °C :0,1	666 176
1	Rail de base, 95 cm	666 603
2	Tige, 10 x 450 mm, acier inoxydable	666 609
2	Tige, 13 x 150 mm, acier inoxydable	666 606
5	Noix universelle, 28 mm Ø, 50 mm	666 615
5	Noix double S	301 09
5	Pince universelle, 0...80 mm Ø	666 555
1	Table de fixation, 280 x 210 mm	666 617
1	Agitateur magnétique, 0...2000 trs/min, sams plaque chauffante	666 845
1	Barreau agitateur magnétique, PTFE, 5 mm Ø, 15 mm	666 850
2	Flacon laveur corps, RN 29/32, 200 ml, avec pied en plastique	664 800
2	Flacon laveur tête, RN 29/32, pour 664 800	664 805
1	Pipette graduée, 5 ml: 0,1	665 996
1	Trompe à eau en plastique	375 56
en alternative		
1	Pompe à membrane pour vide et compression	375 57
1	Balance électronique de précision College B 502, 510 g : 0,01 g	667 795
Pour la saisie des valeurs mesurées avec l'ordinateur		
1	CASSYpack-E constitué de: CASSY-E, MS-DOS-Connector L, programme test, manuel utilisateur	524 007
1	Adaptateur température (NiCrNi/NTC)	524 045
1	Disquette: Mesure et commande (programme fonctionnant sous Windows)	525 033
Produits chimiques nécessaires		
1	Acide sulfurique, à 95-98%, 1 l	674 787
1	Acide sulfurique, 2,5 mol/l, 100 ml	674 790
1	Acide chlorhydrique, conc., à 25%, 250 ml	674 675
1	Hydroxyde de sodium, pastilles, 100 g	673 680
1	Solution ammoniacale, à 25%, 250 ml	670 360

(de la solución del gas NH_3 a $NH_3 \cdot aq$) es liberado.

Este proceso corresponde, de modo simplificado, al principio de un refrigerador de absorción.

5 Lista del equipo

Núm.	Artículo	No. de Cat.
1	Calorímetro para el frío por evaporación	667 322
1	Medidor digital de temperatura con 4 entradas	666 210
2	Sonda de temperatura NTC, -20 ... +120°C	666 212
alternativa		
2	Termómetro de precisión, -10...+50 °C :0,1	666 176
1	Rieles base, 95 cm	666 603
2	Tubo de soporte, 10 x 450 mm, acero inox.	666 609
2	Tubo de soporte, 13 x 150 mm, acero inox.	666 606
5	Manguito de acopl. univ., 28 mm Ø, 50 mm	666 615
5	Mordaza doble S	301 09
5	Pinza universal, 0...80 mm Ø	666 555
1	Mesa de soporte, 280 x 210 mm	666 617
1	Agitador magnético, 0...2000 U/min, sin hornillo	666 845
1	Barritas de agitación, PTFE, 5 mm Ø, 15 mm	666 850
2	Parte inf.-botella de lavado, NS 29/32, 200 ml, con base de plástico	664 800
2	Inserto de tubo de vidrio, NS 29/32, para 664 800	664 805
1	Pipeta graduada, 5 ml: 0,1	665 996
1	Bomba de chorro de agua de plástico	375 56
alternativa		
1	Bomba de membrana de vacío y presión	375 57
1	Balanza electrónica de precisión College B 502, 510 g : 0,01 g	667 795
Para el registro de datos con el ordenador		
1	CASSYpack-E compuesto de: CASSY-E, MS-DOS-Connector L, programa de prueba, cuadernillo	524 007
1	Unidad Temperatura (NiCrNi/NTC)	524 045
1	Disquete: Adquisición Universal de Datos (programa para Windows)	525 036
Subst. químicas requeridas		
1	ácido sulfúrico, 95 a 98%, 1 l	674 787
1	ácido sulfúrico, 2,5 mol/l, 100 ml	674 790
1	ácido clorhídrico, conc., 25%, 250 ml	674 675
1	hidróxido de sodio, plaquitas, 100 g	673 680
1	solución de amoniaco, 25%, 250 ml	670 360

6 Annexe

Chaleurs spécifiques de certains liquides calorimétriques sélectionnés (à 25 °C) en $J \cdot g^{-1} \cdot K^{-1}$

H_2O:	4.185
Méthanol:	2.534
Ethanol:	2.420
Diéthyléther:	2.304
Acétone:	2.154
Trichlorométhane:	0.552

6 Apéndice

Calores específicos de algunos líquidos calorimétricos (a 25 °C) en $J \cdot g^{-1} \cdot K^{-1}$

H_2O:	4.185
Metanol:	2.534
Etanol:	2.420
Eter de dietilo:	2.304
Acetona:	2.154
Cloroformo:	0.552

LEYBOLD DIDACTIC GMBH · Leyboldstrasse 1 · D-50354 Hürth · Phone (02233) 604-0 · Telefax (02233) 604-222 · e-mail: info@leybold-didactic.de
© by Leybold Didactic GmbH
Printed in the Federal Republic of Germany
Technical alterations reserved